

Disclaimer:

This English translation is produced by machine translation and may contain errors. The JPO, the NCIP, and those who drafted this document in the original language are not responsible for the result of the translation.

Notes:

1. Untranslatable words are replaced with asterisks (****).
2. Texts in the figures are not translated and shown as it is.

Translated: 01:04:19 JST 04/17/2006

Dictionary: Last updated 04/07/2006 / Priority:

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] At 0.1-1 micrometer, average particle diameter contains a titanium ingredient inside particles, the content of this titanium ingredient converts into titanium to an iron oxide particle total amount, it is 0.3 to 3.5 weight %, and tap density is 1.2g/cm³. Iron oxide particles characterized by being the following.

[Claim 2] The iron oxide particle according to claim 1 whose residual magnetization [in / form is spherical and / 5kOe(s)] is 8 or less emu/g.

[Claim 3] The iron oxide particle according to claim 1 or 2 whose angle of repose is 42 degrees or less.

[Claim 4] The manufacture method of the iron oxide particles characterized by adding water-soluble titanium salt at the time before oxidation reaction of oxidation reaction in the method of oxidizing the ferrous hydroxide slurry obtained by carrying out neutralization mixture of ferrous salt solution and the alkaline solution, and manufacturing iron oxide particles.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]**[0001]**

[Field of the Invention] In this invention, a titanium ingredient is contained in detail about an iron oxide particle and its manufacture method. Therefore, tap density is low, and mobility is good and is related with the iron oxide particle mainly especially used for the use of the material powder for electrostatic copy magnetism toner, the material powder for careers for electrostatic latent image development, the black paints powder for paints, etc., and its manufacture method.

[0002]

[Description of the Prior Art] The iron oxide particles represented as charges of magnetic toner

material, such as an electronic photocopy machine and a printer, by the magnetite particles by a solution reaction are used widely these days. Although various kinds of general development characteristics are required as magnetic toner, by development of electronic photograph technology, the copying machine and printer especially using a digital technology progress quickly, and the demand characteristic is becoming more advanced in recent years.

[0003] That is, outputs, such as graphics and a photograph, are also demanded besides the conventional character, the thing of the capability of 1200 or more dots per inch especially also appears in a printer, and the latent image on a photo conductor is becoming more precise. Therefore, the height of the small-gage wire reproducibility in development is demanded strongly.

[0004] In connection with it, the toner particle diameter used for a copying machine and a printer has diameter[of a granule]-ized. Furthermore, as for the magnetite particles contained in toner, diameter-ization of a granule is desired in connection with it.

[0005] Generally iron oxide particles use together with other material, such as resin, as toner, a career, and raw material for paints in many cases.

[0006] Although measurement, mixture, kneading, etc. are especially performed in the case of toner creation, the important thing in that case is the two following points.

(1) A flow is good in the time of measurement, or the case of the injection to the kneading machine after mixture (mobility).

(2) It is mixed, without a specific gravity difference separating at the time of mixture with light resin of specific gravity (mixture nature).

[0007] About the above (1), also when both mixture ratio is stabilized in the case of measurement before mixture, and feeding mixed powder into a kneading machine, it can supply stably and uniformly, and as a result, what also has a uniform kneading thing is obtained.

[0008] About the above (2), if it is mixed before iron oxide particles and resin dissociate, distribution into resin of the iron oxide particles at the time of kneading will be attained [as a result] by homogeneous mixing for it to be good. In order to control tightness of the iron oxide particles by vibration in addition to the two above-mentioned points, if restoration density is low, the handling nature of a granular material will become good.

[0009] In the iron oxide particles by the conventional technology, although mobility is inadequate and various improvement is made until now, restoration density goes up by vibration at the time of conveyance and handling, and handling nature (the time of a transfer and load of workability) worsens. Moreover, there is also a possibility that the mixed nonuniformity by a specific gravity difference may occur at the time of mixture with resin.

[0010] For example, in order to improve mobility, the nonmagnetic oxide which contains Si inside and contains the coprecipitate of Si and aluminum and specific elements, such as Ti, on

the surface is stuck to JP,H7-240306,A, and it is indicated about the magnetite particles which improved mobility.

[0011] However, since the restoration density by vibration is high, when becoming a thing inferior to handling nature and dispersibility, there is a possibility that a surface adhered part may separate at the time of kneading with resin.

[0012] Moreover, an inside is made to contain specific elements, such as Si and Ti, to JP,H9-59025,A, coercive force is high, and fluid good magnetite particles are indicated with the diameter of a granule. However, although mobility is improved, since its restoration density by vibration is high, it is inferior to handling nature and dispersibility.

[0013] Furthermore, obtaining black iron oxide particles is indicated by JP,H3-2276,A and JP,H8-34617,A content or by carrying out a surface treatment in Ti. However, all have the fault that magnetism is weak and especially a magnetization value is low.

[0014] Although it is generally clearer than the above-mentioned conventional technology that a fluid high granular material also goes up the restoration density by vibration, the iron oxide particles which have highly [mobility] the characteristic that restoration density is low are not yet offered.

[0015] Therefore, the purpose of this invention is to offer the iron oxide particle which suppresses the rise of the restoration density by the vibration and the shock from the outside, and has the outstanding mobility, and its manufacture method.

[0016]

[Means for Solving the Problem] Wholeheartedly, as a result of examination, this invention persons are making magnetite particles contain a fixed quantity of titanium ingredients, and making tap density low, and did the knowledge of the ability of the above-mentioned purpose to attain.

[0017] This invention was made based on the above-mentioned knowledge, and average particle diameter is 0.1-1 micrometer. A titanium ingredient is contained inside particles, the content of this titanium ingredient converts into titanium to an iron oxide particle total amount, it is 0.3 to 3.5 weight %, and tap density is 1.2g/cm³. The iron oxide particles characterized by being the following are offered.

[0018] Moreover, as the desirable manufacture method of the iron oxide particles of this invention [this invention] In the method of oxidizing the ferrous hydroxide slurry obtained by carrying out neutralization mixture of ferrous salt solution and the alkaline solution, and manufacturing iron oxide particles, the manufacture method of the iron oxide particles characterized by adding water-soluble titanium salt at the time before oxidation reaction of oxidation reaction is offered.

[0019]

[Embodiment of the Invention] The form of operation of this invention is explained hereafter.

The iron oxide particles as used in the field of this invention make MAGUNE tightness the main ingredients preferably. The following explanation explains the magnetite particles which are the typical thing as iron oxide particles. Moreover, when calling it iron oxide particles or magnetite particles, the contents mean each particle or all of the set.

[0020] Average particle diameter is 0.1-1 micrometer, and the magnetite particles of this invention contain a titanium ingredient inside particles. The content of a titanium ingredient is converted into titanium to a magnetite-particles total amount, is 0.3 to 3.5 weight %, and is 0.5 to 3 weight % preferably. When the content of a titanium ingredient is less than 0.3 weight %, there are few fluid improvement and effects of control of restoration density, and if it exceeds 3.5 weight %, the magnetic property considered as a request will not be acquired. Generally 70 or more emu/g of saturation magnetization (sigmas) in 5kOe(s) is 75 or more emu/g still more preferably preferably.

[0021] The tap density of the magnetite particles of this invention is 1.2g/cm³. It is required to be the following and it is 1.15g/cm³ preferably. It is. Tap density is 1.2g/cm³. If it exceeds, the rise of restoration density cannot be suppressed.

[0022] Moreover, the form of the magnetite particles of this invention is preferably spherical from a globular shape and a viewpoint of [although it is arbitrary 8 respiratory inlet covering 6 face piece] fluid improvement. When the residual magnetization (sigmar) in 5kOe(s) takes into consideration the influence on the mobility by magnetic condensation, 8 or less emu/g is 7 emu/g desirable still more preferably.

[0023] It is desirable still more desirable that the viewpoint of fluid improvement to an angle of repose is 42 degrees or less, and the magnetite particles of this invention are 40 degrees or less.

[0024] 20ml / 100g or more are desirable still more desirable, and the oil absorption of the magnetite particles of this invention is 21ml / 100g or more. It is because the dispersibility as magnetite particles becomes mixture nature with resin is improved by it being low and mobility being high, and the one where oil absorption is higher takes the restoration density by vibration at the time of subsequent kneading as for shearing force, and still better as this Reason.

[0025] Next, the desirable manufacture method of the magnetite particles of this invention is explained. In this invention, the process which adds water-soluble titanium salt is included in the manufacture method of the iron oxide particles which oxidize the ferrous hydroxide slurry obtained by carrying out neutralization mixture of ferrous salt solution and the alkaline solution.

[0026] What is necessary is just to specifically add the process which adds water-soluble titanium salt to the ferrous hydroxide slurry before ferrous salt solution, an alkaline solution, and oxidation reaction and under oxidation reaction that what is necessary is just to choose the time which can be adjusted so that a titanium ingredient may exist in the inside of magnetite

particles. Sulfuric acid titanyl etc. is illustrated as water-soluble titanium salt used here. In addition, ferrous sulfate, ferrous chloride, etc. are mentioned as ferrous salt again. As alkali, sodium hydroxide, sodium carbonate, water oxidization potassium, etc. are used. In addition, the inescapable ingredient accompanied into materials can also be used in this invention.

[0027]

[Example] Based on an example etc., this invention is explained concretely hereafter.

[0028] [Example 1] It converts into 45l. of ferrous sulfate solution of 2 mol/l, 45l. of sodium hydroxide solution of 4 mol/l, and titanium. 10l. of sulfuric acid titanyl solution of 0.16 mol/l was mixed, and pH was maintained to 6-7 for a total of the obtained 100l. ferrous hydroxide slurry, and at 80-90 degrees C, air was blown and it oxidized. When the reaction advanced 50%, 10l. of sulfuric acid titanyl solution of 0.16 mol/l was added, and oxidation reaction was completed, maintaining to pH 6-9 succeedingly.

[0029] The obtained MAGUNE tight slurry was the usual method, performed filtration, washing, dryness, and pulverization and obtained magnetite particles. The method shown below estimates the average particle diameter of the obtained magnetite particles, titanium content, tap density, magnetic property, an angle of repose, and oil absorption, and the result is shown in Table 1. In addition, in magnetic property, the unit of saturation magnetization (sigmas) and residual magnetization (sigmar) is emu/g, and the unit of coercive force (Hc) is Oe.

[0030] The photograph of the <valuation method> (1) average-particle-diameter scanning electron microscope (30000) was taken, and it computed with the diameter of a fillet.

(2) The titanium content sample was dissolved and it measured in ICP.

(3) Tap density Hosokawa It measured using the product made from Micron, and "Powder Tester TypePT-E" (brand name).

(4) Magnetic property Toei Industry make oscillating sample type magnetometer VSM-P7 was used, and it measured in external magnetic field 1kOe and 5kOe(s).

(5) Angle of repose Hosokawa It measured using the product made from Micron, and "Powder Tester TypePT-E" (brand name).

(6) Oil absorption JIS K It measured by the method indicated to 5101 (1978) using flaxseed oil.

[0031] [Example 2] Concentration of the titanyl solution mixed first was made into 0.46 mol/l, and magnetite particles were obtained by the same method as an example 1 except not adding sulfuric acid titanyl solution, when a reaction advances 50%. Moreover, the various characteristics and physical properties are evaluated like an example 1, and the result is shown in Table 1.

[0032] [Example 3] Concentration of the titanyl solution mixed first was made into 0.016 mol/l, and magnetite particles were obtained by the same method as an example 1 except adding sulfuric acid titanyl solution concentration 0.032 mol/l, when a reaction advances 60%.

Moreover, the various characteristics and physical properties are evaluated like an example 1, and the result is shown in Table 1.

[0033] [Example 4] Except that concentration of the titanyl solution mixed first was made into 0.016 mol/l and a reaction added sulfuric acid titanyl solution concentration 0.146 mol/l at the 40% advance **** time, magnetite particles were obtained by the same method as an example 1. Moreover, the various characteristics and physical properties are evaluated like an example 1, and the result is shown in Table 1.

[0034] [Example 5] Magnetite particles were obtained by the same method as an example 4 except having set pH at the time of the start of oxidation reaction to 11.1, and having made subsequent pH or more into ten. Moreover, the various characteristics and physical properties are evaluated like an example 1, and the result is shown in Table 1.

[0035] [Comparative example 1] Magnetite particles were obtained by the same method as an example 1 except not adding a titanium ingredient. Moreover, the various characteristics and physical properties are evaluated like an example 1, and the result is shown in Table 1.

[0036] [Comparative example 2] Magnetite particles were obtained by the same method as an example 5 except not adding a titanium ingredient. Moreover, the various characteristics and physical properties are evaluated like an example 1, and the result is shown in Table 1.

[0037] [Comparative example 3] Magnetite particles were obtained according to the example 1 of JP,H9-59025,A. Si content in these magnetite particles was 1.6 weight %. Moreover, the various characteristics and physical properties are evaluated like an example 1, and the result is shown in Table 1.

[0038] [Comparative example 4] Concentration of the titanyl solution mixed first was made into 0.323 mol/l, and magnetite particles were obtained by the same method as an example 1 except adding sulfuric acid titanyl solution concentration 0.323 mol/l, when a reaction advances 40%. Moreover, the various characteristics and physical properties are evaluated like an example 1, and the result is shown in Table 1.

[0039]

[Table 1]

		形 状	平均粒径 (μm)	Ti量 (wt%)	タップ密度 (g/cm^3)	磁気特性 (1 kOe)			磁気特性 (5 kOe)			安息角 (度)	吸油量 ($\text{ml}/100\text{g}$)
						σ_s	σ_r	Hc	σ_s	σ_r	Hc		
実 施 例	1	球 状	0.25	2.0	0.95	61.2	5.0	53	78.4	5.2	55	40	27
	2	球 状	0.34	2.8	0.92	56.8	4.9	51	74.5	5.0	52	39	34
	3	球 状	0.16	0.3	1.19	63.8	6.3	65	81.8	6.5	70	42	20
	4	球 状	0.22	1.0	1.15	62.1	5.3	56	80.1	5.4	58	40	22
	5	八面体	0.45	1.0	1.09	61.5	9.0	98	78.5	9.5	100	42	32
比 較 例	1	球 状	0.27	—	1.52	62.6	5.3	58	83.9	5.4	58	46	19
	2	八面体	0.46	—	1.25	62.6	10.1	102	84.3	10.5	107	48	24
	3	球 状	0.26	—	1.58	61.3	3.9	44	78.5	4.0	45	40	18
	4	球 状	0.21	4.0	0.93	54.2	4.6	50	69.8	4.8	52	39	34

[0040] As shown in Table 1, the example 1-5 had low tap density, and was small, and since oil absorption was moreover high, handling nature and dispersibility were good [the example].
[of the angle of repose]

[0041] Since a comparative example 1 had high tap density, was large and was low, it was a thing inferior to dispersibility. [of oil absorption] [of an angle of repose] A comparative example 2 has high tap density, and is large. [of an angle of repose] Although mobility was good, since a comparative example 3 had high tap density and was low, it was a thing inferior to dispersibility. [of oil absorption] The comparative example 4 had extremely low saturation magnetization, although tap density and an angle of repose showed the good numerical value.
[0042]

[Effect of the Invention] As explained above, the iron oxide particles of this invention suppress the rise of the restoration density by the vibration and the shock from the outside, and have the outstanding mobility. Moreover, the above-mentioned iron oxide particles are obtained by having productivity simple by the manufacture method of this invention.

[Translation done.]

(19)日本国特許庁 (J P) (12) 公 開 特 許 公 報 (A) (11)特許出願公開番号
特開2000-319021
(P2000-319021A)
(43)公開日 平成12年11月21日(2000. 11. 21)

(51)Int.Cl.⁷ 識別記号 F I テーグコード(参考)
C 0 1 G 49/08 C 0 1 G 49/08 B 2 H 0 0 5
G 0 3 G 9/083 G 0 3 G 9/08 3 0 1 4 G 0 0 2

審査請求 有 請求項の数4 O L (全 5 頁)

(21)出願番号	特願平11-125039	(71)出願人	000006183 三井金属鉱業株式会社 東京都品川区大崎1丁目11番1号
(22)出願日	平成11年4月30日(1999. 4. 30)	(72)発明者	宮園 武志 岡山県玉野市日比6-1-1 三井金属 鉱業株式会社内
		(72)発明者	三輪 昌宏 岡山県玉野市日比6-1-1 三井金属 鉱業株式会社内
		(74)代理人	100076532 弁理士 羽島 修
		Fターム(参考)	2H005 AAO2 AB02 BA01 CB03 EA02 EA05 EA07 EA10 4G002 AAO6 AD04 AED1 AED3

(54)【発明の名称】 酸化鉄粒子及びその製造方法

(57)【要約】
【課題】 外部からの振動や衝撃による充填密度の上昇を抑え、かつ優れた流動性を有する酸化鉄粒子及びその製造方法を提供する。
【解決手段】 平均粒径が0.1～1μmで、粒子内部にチタン成分を含有し、該チタン成分の含有量が、酸化鉄粒子総量に対してチタンに換算して0.3～3.5重量%であり、タップ密度が1.2g/cm³以下であることを特徴とする酸化鉄粒子。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 平均粒径が0.1～1 μ mで、粒子内部にチタン成分を含有し、該チタン成分の含有量が、酸化鉄粒子総量に対してチタンに換算して0.3～3.5重量%であり、タップ密度が1.2g/cm³以下であることを特徴とする酸化鉄粒子。

【請求項2】 形状が球状で、かつ5kOeにおける残留磁化が8emu/g以下である請求項1に記載の酸化鉄粒子。

【請求項3】 安息角が42°以下である請求項1又は2に記載の酸化鉄粒子。

【請求項4】 第一鉄塩水溶液とアルカリ溶液とを中和混合して得られた水酸化第一鉄スラリーを酸化して酸化鉄粒子を製造する方法において、酸化反応前及び／又は酸化反応時に水可溶性チタン塩を添加することを特徴とする酸化鉄粒子の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、酸化鉄粒子及びその製造方法に関し、詳しくはチタン成分を含有することにより、タップ密度が低く、流動性が良好で、特に静電複写磁性トナー用材料粉、静電潜像現像用キャリア用材料粉、塗料用黒色顔料粉等の用途に主に用いられる酸化鉄粒子及びその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】最近、電子写真複写機、プリンター等の磁性トナー用材料として、水溶液反応によるマグネタイト粒子に代表される酸化鉄粒子が広く利用されている。磁性トナーとしては各種の一般的現像特性が要求されるが、近年、電子写真技術の発達により、特にデジタル技術を用いた複写機、プリンターが急速に発達し、要求特性がより高度になってきた。

【0003】すなわち、従来の文字以外にもグラフィックや写真等の出力も要求されており、特にプリンターの中には1インチ当たり1200ドット以上の能力のものも現れ、感光体上の潜像はより緻密になってきている。そのため、現像での細線再現性の高さが強く要求されている。

【0004】それに伴い、複写機、プリンターに使用されるトナー粒径が小粒径化してきている。さらに、それに伴い、トナー中に含まれるマグネタイト粒子も小粒径化が望まれている。

【0005】一般的に、トナー、キャリア、顔料用の原材料として酸化鉄粒子は樹脂等の他の材料と併用することが多い。

【0006】特に、トナー作成の際には、計量、混合、混練等を行うが、その際に重要なことは下記の2点である。

(1) 計量時又は混合後の混練機への投入の際に流れが

よいこと(流動性)。

(2) 比重の軽い樹脂との混合時に比重差により分離せずに混合されること(混合性)

【0007】上記(1)については、混合前の計量の際に両者の混合比が安定する上、混合粉を混練機に投入する際にも安定かつ均一に投入でき、その結果混練物も均一なものが得られる。

【0008】上記(2)については、酸化鉄粒子と樹脂が分離する前に混合されれば、均一混合が可能で、ひいては混練時の酸化鉄粒子の樹脂中への分散が良好となる。上記2点に加え、振動による酸化鉄粒子のしまりを抑制するためには、充填密度が低ければ粉体の取り扱い性が良好となる。

【0009】従来技術による酸化鉄粒子においては、流動性が不十分であり、これまでも種々の改良がなされているが、運搬時や取り扱い時の振動により充填密度が上がり、取り扱い性(移送時及び作業性の負荷)が悪くなる。また樹脂との混合時に比重差による混合ムラが発生する恐れもある。

【0010】例えば、特開平7-240306号公報には、流動性を改良するために内部にSi、表面にSi、Alの共沈物とTi等の特定の元素を含む非磁性酸化物を固着させ、流動性を改良したマグネタイト粒子について開示されている。

【0011】しかし、振動による充填密度が高いため、取り扱い性、分散性に劣るものとなる上、表面の固着分が樹脂との混練時に剥がれる恐れがある。

【0012】また、特開平9-59025号公報には、内部にSiとTi等の特定の元素を含有させ、保磁力が高く、小粒径で流動性の良いマグネタイト粒子が開示されている。しかし、流動性は改良されるものの振動による充填密度が高いため、取り扱い性、分散性に劣るものとなる。

【0013】さらに、特開平3-2276号公報、特開平8-34617号公報には、Tiを含有又は表面処理することにより黒色酸化鉄粒子を得ることが開示されている。しかし、いずれも磁性が弱く、特に磁化値が低いという欠点を有する。

【0014】一般的に流動性の高い粉体は、振動による充填密度も上がってしまうことは、上記した従来技術より明らかであるが、流動性が高く、かつ充填密度が低い特性を有する酸化鉄粒子は未だ提供されていない。

【0015】従って、本発明の目的は、外部からの振動や衝撃による充填密度の上昇を抑え、かつ優れた流動性を有する酸化鉄粒子及びその製造方法を提供することにある。

【0016】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、鋭意検討の結果、マグネタイト粒子にチタン成分を一定量含有させ、かつタップ密度を低くすることで、上記目的が達成

し得ることを知見した。

【0017】本発明は、上記知見に基づきなされたもので、平均粒径が $0.1 \sim 1 \mu\text{m}$ で、粒子内部にチタン成分を含有し、該チタン成分の含有量が、酸化鉄粒子総量に対してチタンに換算して $0.3 \sim 3.5$ 重量%であり、タップ密度が 1.2 g/cm^3 以下であることを特徴とする酸化鉄粒子を提供するものである。

【0018】また、本発明の酸化鉄粒子の好ましい製造方法として、本発明は、第一鉄塩水溶液とアルカリ溶液とを中和混合して得られた水酸化第一鉄スラリーを酸化して酸化鉄粒子を製造する方法において、酸化反応前及び/又は酸化反応時に水可溶性チタン塩を添加することを特徴とする酸化鉄粒子の製造方法を提供するものである。

【0019】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態について説明する。本発明でいう酸化鉄粒子とは、好ましくはマグネタイトを主成分とするものである。以下の説明では、酸化鉄粒子としてその代表的なものであるマグネタイト粒子について説明する。また、酸化鉄粒子又はマグネタイト粒子というときには、その内容によって個々の粒子又はその集合のいずれも意味する。

【0020】本発明のマグネタイト粒子は、平均粒径が $0.1 \sim 1 \mu\text{m}$ で、粒子内部にチタン成分を含有する。チタン成分の含有量は、マグネタイト粒子総量に対してチタンに換算して $0.3 \sim 3.5$ 重量%であり、好ましくは $0.5 \sim 3$ 重量%である。チタン成分の含有量が 0.3 重量%未満の場合、流動性の向上や充填密度の抑制の効果が少なく、 3.5 重量%を超えると、所望とする磁気特性が得られない。一般的に 5 kOe における飽和磁化(σ_s)は、好ましくは 70 emu/g 以上、さらに好ましくは 75 emu/g 以上である。

【0021】本発明のマグネタイト粒子は、タップ密度が 1.2 g/cm^3 以下であることが必要であり、好ましくは 1.15 g/cm^3 である。タップ密度が 1.2 g/cm^3 を超えると充填密度の上昇を抑えることができない。

【0022】また、本発明のマグネタイト粒子の形状は、球状、六面体、八面体等任意であるが、流動性の向上という観点から、好ましくは球状である。 5 kOe における残留磁化(σ_r)は、磁気凝集による流動性への影響を考慮すると 8 emu/g 以下が好ましく、さらに好ましくは 7 emu/g である。

【0023】本発明のマグネタイト粒子は、流動性の向上という観点から、安息角が 42° 以下であることが好ましく、さらに好ましくは 40° 以下である。

【0024】本発明のマグネタイト粒子の吸油量は 20 ml/100 g 以上が好ましく、さらに好ましくは 21 ml/100 g 以上である。この理由としては、振動による充填密度を低く、かつ流動性が高いことにより、樹

脂との混合性が改善され、その後の混練時に吸油量が高いほうが剪断力がかかり、よりマグネタイト粒子としての分散性がさらに良好となるからである。

【0025】次に、本発明のマグネタイト粒子の好ましい製造方法について説明する。本発明では、第一鉄塩水溶液とアルカリ溶液を中和混合して得られた水酸化第一鉄スラリーを酸化する酸化鉄粒子の製造方法において、水可溶性チタン塩を添加する工程を含むものである。

【0026】水可溶性チタン塩を添加する工程は、チタン成分がマグネタイト粒子内部に存在するように調整できる時期を選択すればよく、具体的には第一鉄塩水溶液、アルカリ溶液、酸化反応前又は酸化反応中の水酸化第一鉄スラリーに添加すればよい。ここで用いられる水可溶性チタン塩としては、硫酸チタニル等が例示される。なお、また、第一鉄塩としては硫酸第一鉄、塩化第一鉄等が挙げられる。アルカリとしては水酸化ナトリウム、炭酸ナトリウム、水酸化カリウム等が用いられる。なお、本発明においては、原料中に随伴する不可避成分も利用することができる。

【0027】

【実施例】以下、実施例等に基づき本発明を具体的に説明する。

【0028】〔実施例1〕 2 mol/l の硫酸第一鉄水溶液 45 リットルと 4 mol/l の水酸化ナトリウム水溶液 45 リットルとチタンに換算して 0.16 mol/l の硫酸チタニル水溶液 10 リットルを混合し、得られた合計 100 リットルの水酸化第一鉄スラリーを pH を $6 \sim 7$ に維持し、 $80 \sim 90^\circ\text{C}$ にて空気を吹き込み酸化した。反応が 50% 進行した時点で、 0.16 mol/l の硫酸チタニル水溶液 10 リットルを添加し、引き続き $\text{pH} 6 \sim 9$ に維持しながら酸化反応を完結した。

【0029】得られたマグネタイトスラリーは通常の方法で、ろ過、洗浄、乾燥、粉碎を行い、マグネタイト粒子を得た。下記に示す方法にて、得られたマグネタイト粒子の平均粒径、チタン含有量、タップ密度、磁気特性、安息角、吸油量について評価し、その結果を表1に示す。なお、磁気特性において、飽和磁化(σ_s)、残留磁化(σ_r)の単位は emu/g であり、保磁力(H_c)の単位は Oe である。

【0030】＜評価方法＞

(1) 平均粒径

走査型電子顕微鏡(30000)の写真を撮影し、フィレ径にて算出した。

(2) チタン含有量

試料を溶解し、ICPにて測定した。

(3) タップ密度

Hosokawa Micron製、「Powder Tester Type PT-E」(商品名)を用いて測定した。

(4) 磁気特性

東英工業製振動試料型磁力計VSM-P7を使用し、外部磁場1kOe及び5kOeにて測定した。

(5) 安息角

Hosokawa Micron製、「Powder Tester TypePT-E」(商品名)を用いて測定した。

(6) 吸油量

JIS K 5101(1978)に記載されている方法でアマニ油を使用して測定した。

【0031】〔実施例2〕最初に混合するチタニル水溶液の濃度を0.46mol/lとし、反応が50%進行した時点では硫酸チタニル水溶液を添加しない以外は、実施例1と同様の方法でマグネタイト粒子を得た。また、実施例1と同様に各種特性、物性を評価し、その結果を表1に示す。

【0032】〔実施例3〕最初に混合するチタニル水溶液の濃度を0.016mol/lとし、反応が60%進行した時点では硫酸チタニル水溶液濃度0.032mol/lを添加する以外は、実施例1と同様の方法でマグネタイト粒子を得た。また、実施例1と同様に各種特性、物性を評価し、その結果を表1に示す。

【0033】〔実施例4〕最初に混合するチタニル水溶液の濃度を0.016mol/lとし、反応が40%進行した時点では硫酸チタニル水溶液濃度0.146mol/lを添加する以外は、実施例1と同様の方法でマグネタイト粒子を得た。また、実施例1と同様に各種特性、物性を評価し、その結果を表1に示す。

10 【0036】〔比較例2〕チタン成分を添加しない以外は、実施例5と同様の方法でマグネタイト粒子を得た。また、実施例1と同様に各種特性、物性を評価し、その結果を表1に示す。

【0037】〔比較例3〕特開平9-59025号公報の実施例1に従ってマグネタイト粒子を得た。このマグネタイト粒子中のSi含有量は1.6重量%であった。また、実施例1と同様に各種特性、物性を評価し、その結果を表1に示す。

20 【0038】〔比較例4〕最初に混合するチタニル水溶液の濃度を0.323mol/lとし、反応が40%進行した時点では硫酸チタニル水溶液濃度0.323mol/lを添加する以外は、実施例1と同様の方法でマグネタイト粒子を得た。また、実施例1と同様に各種特性、物性を評価し、その結果を表1に示す。

【0039】

【表1】

	形状	平均粒径 (μm)	Ti量 (wt%)	タップ密度 (g/cm ³)	磁気特性(1kOe)			磁気特性(5kOe)			安息角 (度)	吸油量 (ml/100g)
					σ_s	σ_r	Hc	σ_s	σ_r	Hc		
実施例	1 球状	0.25	2.0	0.95	61.2	5.0	53	78.4	5.2	55	40	27
	2 球状	0.34	2.8	0.92	56.8	4.9	51	74.5	5.0	52	39	34
	3 球状	0.18	0.3	1.19	63.8	6.3	65	81.8	6.5	70	42	20
	4 球状	0.22	1.0	1.15	62.1	5.3	56	80.1	5.4	58	40	22
	5 八面体	0.45	1.0	1.09	61.5	8.0	98	78.5	8.5	100	42	32
比較例	1 球状	0.27	—	1.52	62.6	5.3	58	83.9	5.4	58	46	19
	2 八面体	0.46	—	1.25	62.6	10.1	102	84.3	10.5	107	48	24
	3 球状	0.26	—	1.58	61.3	3.9	44	78.5	4.0	45	40	18
	4 球状	0.21	4.0	0.93	54.2	4.6	50	68.8	4.8	52	39	34

【0040】表1に示されるように、実施例1～5は、タップ密度が低く、安息角も小さく、しかも吸油量が高いので、取り扱い性、分散性が良好であった。

【0041】比較例1は、タップ密度が高く、安息角も大きく、吸油量も低いため分散性に劣るものであった。

比較例2は、タップ密度が高く、安息角も大きい。比較

※例3は、流動性は良好であるが、タップ密度が高く、吸油量が低いため、分散性に劣るものであった。比較例4は、タップ密度、安息角は良好な数値を示したが、飽和磁化が極端に低いものであった。

【0042】

【発明の効果】以上説明したように、本発明の酸化鉄粒

(5)

特開2000-319021

7

8

子は、外部からの振動や衝撃による充填密度の上昇を抑え、かつ優れた流動性を有する。また、本発明の製造方

法によって、上記酸化鉄粒子が簡便に生産性をもって得られる。